



**Minyak nilam**





## Daftar isi

Daftar isi .....	i
Prakata .....	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Definisi .....	1
3 Syarat mutu.....	1
4 Pengambilan contoh .....	1
5 Cara uji .....	2
6 Syarat lulus uji.....	14
7 Syarat penandaan.....	14
8 Pengemasan.....	15
9 Rekomendasi .....	15





## Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) *Minyak nilam* merupakan revisi dari SNI 06-2385-1991. Revisi ini dilakukan mengingat adanya perkembangan teknologi, serta untuk menunjang ekspor non migas. Standar ini merupakan hasil pembahasan rapat konsensus di Jakarta pada tanggal 26 Pebruari 1998.

Standar ini disusun oleh tim teknis dari Pusat Standardisasi Departemen Perindustrian dan Perdagangan.

Rapat-rapat tersebut dihadiri oleh wakil-wakil dari produsen, konsumen, asosiasi, laboratorium penguji dan instansi terkait.





## Minyak nilam

### 1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi definisi, syarat mutu, pengambilan contoh, cara uji, syarat lulus uji, syarat penandaan, pengawasan dan rekomendasi minyak nilam.

### 2 Definisi

Minyak nilam adalah minyak yang diperoleh dengan cara penyulingan uap daun tanaman *Pogostemon cabin BENTH.*

### 3 Syarat mutu

**Tabel 1. Spesifikasi persyaratan mutu**

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	W a r n a	-	kuning muda sampai coklat tua
2	Bobot jenis 20°C / 20°C	-	0,943 – 0,983
3	Indeks bias ( $n_D^{20}$ )	-	1,504 – 1,514
4	Kelarutan dalam etanol 90% pada suhu 20°C $\pm$ 3°C	-	larutan ( jernih ) atau opalesensi ringan dalam perbandingan volume 1 : 10
5	Bilangan asam	-	maks. 5,0
6	Bilangan ester	-	maks. 10,0
7	Zat-zat asing	-	
7.1	Lemak	-	negatif
7.2	Minyak kruing	-	tidak nyata
7.3	Alkohol tambahan	-	negatif
7.4	Minyak pelikan	-	negatif

### 4 Pengambilan contoh

#### 4.1 Pengambilan contoh mewakili setiap drum

Contoh diambil dari setiap drum dengan suatu alat pipa logam tahan karat atau pipa gelas yang mempunyai panjang  $\pm$  125 cm dan diameter  $\pm$  2 cm. Ujung pipa dapat ditutup atau dibuka dengan suatu sumbat bertangkai panjang. Masukkan alat pipa logam ke dalam drum minyak harus terambil masuk ke dalam alat tersebut dari bagian lapisan atas sampai dengan bawah. Contoh diambil empat kali pada empat sudut yang menyilang berhadapan, keempatnya dicampur menjadi satu dan dikocok. Kemudian dari campuran itu diambil 80 ml



untuk dianalisa dan 80 ml lagi sebagai arsip contoh. Contoh untuk pengujian dimasukkan ke dalam botol bersih, kering dan tidak mempengaruhi contoh. Botol harus ditutup, disegel dan diberi etiket yang bertuliskan nomor drum/lot tanggal pengambilan contoh, identitas pengambil contoh, nama produsen atau eksportir. Tutup drum harus disegel setelah pengambilan contoh.

#### 4.2 Pengambilan contoh mewakili lot (maksimum 50 drum)

Petugas pengambil contoh harus menyaksikan pengisian drum dari tangki pengaduk. Contoh diambil dari tiap-tiap drum yang dipilih secara acak berdasarkan nomor acak terlampir dan berasal dari satu tangki pengaduk, seperti tersebut pada 4.1. Banyaknya drum yang diambil contohnya adalah 30% dari jumlah drum, minimal 5 drum perlot. Setelah pengambilan contoh, tutup masing-masing harus disegel. Kemudian contoh-contoh tersebut dicampur menjadi satu dan dikocok sampai merata. Selanjutnya diambil 80 ml untuk dianalisa dan 80 ml untuk arsip contoh. Hasil analisa dituangkan ke dalam satu sertifikat mutu/laporan hasil analisa yang mewakili lot tersebut diatas.

Petugas pengambil contoh harus memenuhi syarat yaitu orang telah berpengalaman atau dilatih terlebih dahulu dan mempunyai ikatan dengan suatu badan hukum.

### 5 Cara uji

#### 5.1 Penentuan warna

##### 5.1.1 Prinsip

Metode ini didasarkan pada pengamatan visual dengan menggunakan indera penglihatan (mata) langsung, terhadap contoh minyak nilam.

##### 5.1.2 Peralatan

- tabung reaksi kapasitas 15 ml atau 20 ml;
- pipet gondok atau pipet berskala kapasitas 10 ml;
- kertas atau karton berwarna putih ukuran  $\pm 20$  cm x 30 cm.

##### 5.1.3 Prosedur

- pipet 10 ml contoh minyak nilam;
- masukkan kedalam tabung reaksi, hindari adanya gelembung udara;
- sandarkan tabung reaksi berisi contoh minyak nilam pada kertas atau karton berwarna putih;
- amati warnanya dengan mata langsung, jarak pengamatan antara mata dan contoh  $\pm 30$  cm.



#### 5.1.4 Penyajian hasil uji

Nyatakan hasil sesuai dengan warna contoh minyak nilam yang diamati. Apabila contoh minyak nilam yang diamati berwarna kuning muda, maka warna contoh minyak nilam dinyatakan kuning muda.

### 5.2 Penentuan bobot jenis

#### 5.2.1 Prinsip

Perbandingan antara berat minyak dengan berat air pada volume dan suhu yang sama

#### 5.2.2 Peralatan

- neraca analitik;
- penangas air yang dipertahankan pada  $20^{\circ}\text{C} \pm 0.2^{\circ}\text{C}$ ;
- piknometer berkapasitas 50 ml, 25 ml. dan 10 ml, sesuai dengan volume minyak yang tersedia yang dilengkapi dengan termometer yang telah distandarkan.

#### 5.2.3 Prosedur

- cuci dan bersihkan piknometer kemudian basuh berturut-turut dengan etanol dan dietil eter;
- keringkan bagian dalam piknometer tersebut dengan arus udara kering dan sisipkan tutupnya;
- biarkan piknometer di dalam lemari timbangan selama 30 menit dan timbang ( $m$ );
- isi piknometer dengan air suling yang telah dididihkan pada suhu  $20^{\circ}\text{C}$ , sambil menghindari adanya gelembung-gelembung udara;
- celupkan piknometer ke dalam penangas air pada suhu  $20^{\circ}\text{C} \pm 0,2^{\circ}\text{C}$  selama 30 menit;
- sisipkan penutupnya dan keringkan piknometernya;
- biarkan piknometer di dalam lemari timbangan selama 30 menit, kemudian timbang dengan isinya ( $m_1$ );
- kosongkan piknometer tersebut, cuci dengan etanol dan dietil eter, kemudian keringkan dengan arus udara kering;
- isilah piknometer dengan contoh minyak dan hindari adanya gelembung-gelembung udara;
- celupkan kembali piknometer ke dalam penangas air pada suhu  $20^{\circ}\text{C} \pm 0,2^{\circ}\text{C}$  selama 30 menit. Sisipkan tutupnya dan keringkan piknometer tersebut;
- biarkan piknometer didalam lemari timbangan selama 30 menit dan timbang ( $m_2$ ).

#### 5.2.4 Penyajian hasil uji

$$\text{Bobot jenis } d_{20}^{20} = \frac{m_2 - m}{m_1 - m}$$

dengan :



$m$  adalah massa piknometer kosong, dinyatakan dalam gram:

$m_1$  adalah massa piknometer berisi air pada 20 °C, dinyatakan dalam gram:

$m_2$  adalah massa piknometer berisi contoh pada 20 °C, dinyatakan dalam gram.

### 5.3 Penentuan indeks bias

#### 5.3.1 Prinsip

Metode ini didasarkan pada pengukuran langsung sudut bias minyak yang dipertahankan pada kondisi suhu yang tetap.

#### 5.3.2 Bahan kimia aseton

#### 5.3.3 Peralatan

- refraktometer*;
- water bath*;
- cahaya natrium / lampu.

#### 5.3.4 Prosedur

- alirkan air melalui *refraktometer* agar alat ini berada pada suhu dimana pembacaan akan dilakukan;
- suhu tidak boleh berada lebih dari t 20 °C dari suhu referensi dan harus dipertahankan dengan toleransi t 0,2 °C;
- sebelum minyak ditaruh didalam alat, minyak tersebut harus berada pada suhu yang sama dengan suhu dimana pengukuran akan dilakukan;
- pembacaan dilakukan bila suhu sudah stabil.

#### 5.3.5 Penyajian hasil uji

$$\text{Indeks bias } n_{\frac{t}{D}} = n_{\frac{t_1}{D}} + 0.0004 (t_1 - t)$$

dengan:

$t_1$

$n_{\frac{t_1}{D}}$  adalah pembacaan dilakukan pada suhu pengerjaan  $t_1$ ;

$D$

0.0004 adalah faktor koreksi untuk indeks bias minyak nilam setiap derajat.

### 5.4 Penentuan kelarutan dalam etanol

#### 5.4.1 Prinsip

Kelarutan minyak nilam dalam etanol absolut atau etanol yang diencerkan yang menimbulkan kekeruhan dan dinyatakan sebagai larut sebagian atau larut seluruhnya,



berarti bahwa minyak tersebut membentuk larutan yang bening dan cerah dalam perbandingan-perbandingan seperti dinyatakan.

#### 5.4.2 Bahan kimia

- a) etanol 90%;
- b) larutan pembanding untuk kekeruhan yang baru saja dibuat dengan menambahkan 0,5 ml larutan perak nitrat 0,1 N ke dalam 50 ml natrium klorida 0,0002 N dan dikocok. Tambahkan satu tetes asam nitrat encer (25 %) dan amati setelah 5 menit. Lindungi terhadap sinar matahari langsung.

#### 5.4.3 Peralatan

- a) gelas ukur 50 ml;
- b) gelas ukur tertutup 10 ml atau 25 ml.

#### 5.4.4 Prosedur

- a) tempatkan satu (1) ml contoh minyak dan diukur dengan teliti di dalam gelas ukur dengan teliti di dalam gelas ukur yang tertutup yang berukuran 10 ml atau 25 ml;
- b) tambahkan etanol 90 %, setetes demi setetes. Kocoklah setelah setiap penambahan sampai diperoleh suatu larutan yang sebening mungkin pada suhu 20 °C;
- c) bila larutan tersebut tidak bening, bandingkanlah kekeruhan yang terjadi dengan kekeruhan larutan pembanding, melalui cairan yang sama tebalnya;
- d) setelah minyak tersebut larut tambahkan etanol berlebih karena beberapa minyak tertentu mengendap pada penambahan etanol lebih lanjut.

#### 5.4.5 Penyajian hasil uji

Hasil uji dinyatakan sebagai berikut :

Kelarutan dalam 90% etanol = 1 volume dalam Y volume, menjadi keruh dalam Z volume. Bila larutan tersebut tidak sepenuhnya bening, catat apakah kekeruhan tersebut "lebih besar dari pada", "sama seperti", "atau lebih kecil dari pada" kekeruhan larutan pembanding.

### 5.5 Penentuan bilangan asam

#### 5.5.1 Prinsip

Jumlah milligram *kalium hidroksida* yang diperlukan untuk menetralkan asam-asam bebas yang terdapat dalam satu (1) gram minyak nilam.

#### 5.5.2 Bahan kimia

- a) etanol 95% (v/v) pada 20 °C, yang dinetralkan dengan larutan *kalium hidroksida* dengan menggunakan indikator *fenolftalein*;
- b) *fenolftalein*, larutan 0,4 g/ l dalam etanol 20% (v/v) yang telah dinetralkan;
- c) *kalium hidroksida*, larutan baku untuk volumetrik 0,1 N dalam etanol yang diperiksa dalam 24 jam sebelum melakukan penelitian bilangan asam.



### 5.5.3 Peralatan

- neraca analitik;
- labu penyabunan kapasitas 250 ml, dengan dasar bulat terbuat dari kaca tahan alkali, dilengkapi dengan sebuah pipa kaca yang panjangnya paling sedikit 1 m dan diameter bagian dalam paling sedikit 1 cm. Pipa ini bertindak sebagai pendingin *refluks* dan penentuan bilangan ester;
- buret dengan skala terbagi sepersepuluh millimeter.

### 5.5.4 Prosedur

- timbang 4 g  $\pm$  0,05 g contoh minyak, larutkan dalam 5 ml etanol netral pada labu saponifikasi;
- tambahkan 5 tetes larutan *fenolftalein* sebagai indikator;
- titrasi larutan tersebut dengan *kalium hidroksida* 0,1 N sampai warna merah muda.

### 5.5.5 Penyajian hasil uji

$$\text{Bilangan asam} = \frac{56,1 \times V \times N}{m}$$

dengan :

56,1 adalah bobot setara KOH;

V adalah volume larutan KOH yang diperlukan, dinyatakan dalam ml;

N adalah normalitas larutan KOH;

m adalah massa contoh yang di uji, dinyatakan dalam gram.

## 5.6 Penentuan bilangan ester

### 5.6.1 Prinsip

Penyabunan ester-ester dengan larutan alkali standar dan mentitrasi kembali kelebihan alkali-alkali tersebut.

### 5.6.2 Bahan kimia

- larutan etanol 95% (v/v) yang baru dinetralkan dengan larutan alkali, dengan menggunakan larutan indikator *fenolftalein*;
- larutan *kalium hidroksida* 0,5 N dalam etanol;
- larutan standar volumetri asam klorida 0,5 N;
- larutan *fenolftalein* dalam alkohol yang dibuat dengan melarutkan 0,2 gram *fenolftalein* dalam *etanol* sampai 100 ml.

### 5.6.3 Peralatan

- labu penyabunan, terbuat dari gelas dengan leher kaca asah yang tahan terhadap alkali, berkapasitas 250 ml dapat dilengkapi dengan sebuah pipa kaca, panjangnya paling



sedikit 1 m, dan diameter sebelah dalam 1 cm, yang digunakan sebagai kondensor *refluks* atau bila perlu sebagai pendingin *refluks*. Pasanglah tabung berisi penyerap karbon pada pendingin selama pendinginan;

- b) gelas ukur kapasitas 5 ml;
- c) buret standar kapasitas 50 ml;
- d) pipet standar kapasitas 25 ml;
- e) penangas air.

#### 5.6.4 Prosedur

##### a) Pengujian blanko

- isi tabung penyabunan dengan beberapa potong batu didih atau porselen, lalu tambahkan 5 ml etanol dan 25 ml larutan kalium hidroksida 0,5 N dalam alkohol;
- hati-hati *refluks* di atas penangas air mendidih selama 1 (satu) jam setelah larutan mendidih. Diamkan larutan hingga menjadi dingin;
- lepaskan kondensor *refluks* dan tambah 5 tetes larutan *fenolftalein* dan kemudian netralkan dengan HCl 0,5 N

##### b) Pengujian contoh

- pada waktu yang sama dan dalam kondisi yang sama, timbang contoh  $4\text{ g} \pm 0,05\text{ g}$  dan masukkan ke dalam tabu;
- didihkan dengan hati-hati, ditambahkan 25 ml larutan kalium hidroksida 0,5 N dalam alkohol dan beberapa potong batu didih atau porselen, kemudian biarkan larutan menjadi dingin;
- lepaskan kondensor *refluks*, tambahkan 5 tetes larutan *fenolftalein* dan netralkan larutan dengan HCl 0,5 N seperti pada penentuan blanko.

#### 5.6.5 Penyajian hasil uji

Bilangan ester (E) dihitung dengan rumus;

$$E = \frac{56,1 (V_1 - V_0)}{m} \times N$$

dengan :

56,1 adalah bobot setara KOH;

$V_1$  adalah volume asam klorida yang digunakan dalam penentuan contoh, dinyatakan dalam mililiter;

$V_0$  adalah volume asam klorida yang digunakan dalam penentuan contoh, dinyatakan dalam mililiter;

m adalah massa yang diuji dinyatakan dalam gram

N adalah normalitas HCL.

#### 5.7 Penentuan busa lemak



### 5.7.1 Prinsip

Minyak-minyak lemak tidak larut dalam alkohol 90% dan minyak yang tersabunkan menghasilkan busa, karena terbentuknya sabun.

### 5.7.2 Bahan kimia

- a) larutan etanol 90%;
- b) larutan *kalium hidroksida* 0,5 N.

### 5.7.3 Peralatan

- a) tabung-tabung reaksi;
- b) pipet tetes;
- c) gelas ukur;
- d) termos es (campuran es dan garam).

### 5.7.4 Prosedur

- a) tambahkan 10 tetes contoh minyak ke dalam 5 ml etanol 90% dalam tabung reaksi;
- b) masukkan tabung reaksi ke dalam campuran es dan garam dengan perbandingan 3 : 1 selama 15 menit. Jika terdapat minyak-minyak lemak, seperti minyak kelapa, minyak kacang, dan minyak-minyak lainnya kecuali minyak jarak, akan terjadi kekeruhan karena lemak yang memadat. Ke dalam 5 ml minyak nilam dalam tabung reaksi yang lain, tambahkan larutan KOH dan kocoklah campuran tersebut.  
Minyak lemak akan tersabunkan dan mengeluarkan busa karena terbentuknya sabun.

### 5.7.5 Penyajian hasil uji

Adanya endapan dari minyak-minyak lemak dinyatakan positif.

## 5.8 Penentuan zat-zat asing secara kuantitatif menggunakan kromatografi gas cair

### 5.8.1 Prinsip

Komponen-komponen minyak nilam murni dan campurannya (zat-zat asing) diuraikan dengan tehnik GLC, dimana masing-masing komponen diukur kadarnya dengan alat integrator. Adanya zat asing diidentifikasi secara kuantitatif pada tingkat konsentrasi tertentu. Kadar *patchouly* alkohol semi kuantitatif dihitung dengan membagi luas puncaknya dengan jumlah luas seluruh komponen.

### 5.8.2 Bahan kimia

Aseton (p.a), pelarut pencuci.

### 5.8.3 Peralatan

- 1) instrumen kromatografi gas cair lengkap terdiri dari :
  - a) tabung gas berisi gas *nitrogen* "HP" dengan regulatornya;
  - b) tabung gas berisi gas *hidrogen* dengan regulatornya;



- c) tabung gas berisi gas tekan dengan regulatornya,
- d) kolom terbuat dari gelas atau logam yang "*inert*" untuk kolom kemasan panjang 2 m - 4 m diameter  $\frac{1}{4}$ .
- 2) detektor ionisasi nyala (*Flame ionization detector, FID*).
- 3) *rekorder-integrator*
- 4) alat suntik dengan volume 1 mikroliter.

#### 5.8.4 Kondisi analisis

Analisis dengan menggunakan kolom kemasan:

- Panjang kolom : 2 meter, diameter  $\frac{1}{4}$  "
- Isi kolom – fase diam : *Carbowax 20 M 15 %*
- Padatan penyangga : *Chromosorb WHP 80 – 100 mesh*
- Fase gerak : *Nitrogen*
- Kecepatan alir : 30 ml / menit
- Detektor : *Flame Ionization Detector (FID)*
- Suhu detektor : 250°C
- Kecepatan alir hidrogen : 30 ml / menit
- Kecepatan alir gas tekan : 300 ml / menit
- Atenuasi : 128<sup>\*)</sup>
- Suhu injektor : 200°C
- Suhu oven : *Isotermal* (suhu oven diatas).
- Isotermal
- Sistem terprogram
- Suhu awal : 100°C
- Suhu akhir : 220°C
- Kenaikan suhu : 5°C / menit
- Volume contoh : 0,1 mikroliter
- Rekorder integrator : minimum area
- Kecepatan kertas : 0,5 cm / menit

Analisis dengan menggunakan pohon kapiler.

Kondisi sama dengan analisa menggunakan kolom kemasan kecuali volume penyuntikan split dan atenuasi sebagai berikut :

- Volume penyuntikan : 0,5 mikroliter
- Split : 100 ml / menit pada kolom kapiler
- Atenuasi : 16<sup>\*)</sup>

<sup>\*)</sup> Atau disesuaikan dengan kondisi optimum alat setempat.



Pada kolom kemasan atau kolom kapiler pencampuran zat-zat asing (% b/b) dapat diamati dengan menggunakan integrator pada masing-masing alat.

CATATAN 1 Sebagai penjelasan terlampir kromatogram minyak nilam yang ditandai dengan huruf g sebagai puncak yang menandakan adanya kruing dan yang ditandai dengan huruf p adalah puncak dari *patchouly* alkohol.

- a) kromatogram minyak nilam murni dengan kolom kemasan;
- b) kromatogram minyak nilam murni dengan kolom kapiler;
- c) kromatogram minyak nilam kruing dengan kolom kemasan;
- d) kromatogram minyak nilam kruing dengan kolom kapiler;
- e) kromatogram minyak nilam + 3 % minyak kruing dengan kolom kemasan;
- f) kromatogram minyak nilam + 3 % minyak kruing dengan kolom kapiler;
- g) kromatogram minyak nilam + 5 % minyak kruing dengan kolom kemasan;
- h) kromatogram minyak nilam + 5 % minyak kruing dengan kolom kapiler.

CATATAN 2 g adalah puncak yang menandakan adanya minyak kruing sedang p adalah puncak yang menandakan adanya *patchouly* alkohol.

#### 5.8.5 Prosedur

- a) kecepatan alir gas pembawa diatur pada 3 ml / menit untuk kolom kemasan dan split 100 ml / menit pada kolom kapiler pada tekanan 2 bar atau pada kecepatan yang memberikan resolusi yang optimum;
- b) pada sistem terprogram suhu oven diatur yaitu suhu awal 100°C dan suhu akhir 220°C dengan kecepatan 5 °C / menit;
- c) suhu detektor diatur pada 250°C, selanjutnya diatur kecepatan alir gas hidrogen sebesar 30 ml / menit atau pada kecepatan alir yang memberikan resolusi optimum;
- d) suhu injektor diatur pada 200°C;
- e) kecepatan kertas 0,5 cm / menit atau sesuai dengan keadaan alat;
- f) atenuasi diatur pada 128 atau disesuaikan dengan kemampuan alat. Rekorder diset pada minimum area;
- g) cuplikan disuntikkan 0,1 mikroliter untuk kolom kemasan dengan 0,5 mikroliter untuk kolom kapiler;
- h) alat penyuntik setelah dipakai dicuci dengan aseton lalu dikeringkan.

#### 5.8.6 Penyajian hasil uji

**5.8.6.1** Analisis semi kuantitatif pada *patchouly* alkohol dilakukan dengan membagi luas puncak *patchouly* alkohol (yang ditandai pada lampiran a dan b) oleh jumlah luas puncak yang tampak pada kromatogram itu dikalikan 100%. Atau dapat dilihat langsung hasilnya pada rekorder integrator.



$$\% \text{ patchouly alcohol} = \frac{A_p}{A} \times 100$$

Dengan :

$A_p$  adalah luas puncak *patchouly alcohol*;

$A$  adalah komponen yang ada

#### 5.8.6.2 Analisis kuantitatif

Kontaminasi minyak kruing dinyatakan positif apabila prosen luas kruing terlihat nyata dan dapat dihitung. Identitas adanya puncak minyak kruing ditandai dengan munculnya puncak waktu retensi tertentu (seperti puncak yang diberi tanda lampiran e dan t)

### 5.9 Penentuan alkohol tambahan dengan metode GLC

#### 5.9.1 Prinsip

Dua pengujian diajukan yaitu uji *iodoform* dan uji *etil benzoat*. Uji *iodoform* akan menghasilkan reaksi yang positif dengan setiap senyawa yang mengandung gugus keton atau gugus enol, khususnya aseton akan menghasilkan uji *iodoform* yang positif. Pada uji *etil benzoat*, semua alkohol *alifatik* yang bertitik didih rendah akan menghasilkan bau-bau seperti buah. Akan tetapi hanya *etil alkohol* yang menghasilkan reaksi-reaksi positif baik dengan uji *iodoform* maupun dengan uji *etil benzoat*.

#### 5.9.2 Bahan kimia

- natrium sulfat anhidrat,
- lutan 10% *natrium hidroksida*;
- larutan *iodium*;
- kalium iodida (2 g kalium iodida dalam 8 ml air suling 1 g *iodium*);
- benzoil klorida*.

#### 5.9.3 Peralatan

- labu *Ladenburg* berkapasitas berkapasitas 100 ml;
- kondensor horizontal;
- tabung-tabung reaksi;
- gelas piala berkapasitas 250 ml;
- pembakar bunsen;
- penangas air.

#### 5.9.4 Prosedur

**5.9.4.1** Destilasi 50 ml contoh minyak yang telah dikeringkan sebelumnya dengan natrium sulfat anhidrat dalam sebuah labu *Ladenburg*.



**5.9.4.2** Tampung dan ukur bagian yang menyuling dibawah 100°C.

**5.9.4.3** Encerkan destilat sampai 10 ml dengan air suling.

**5.9.4.4** Uji 5 ml destilat ini secara iodoform dan 5 ml sisanya secara etil benzoat.

**5.9.4.4.1 Uji iodoform**

- a) lima (5) ml destilat yang sudah diencerkan itu ditambahkan 10 tetes larutan NaOH 10% dan larutan iodium kalium iodida setetes demi setetes, hingga diperoleh warna kuning muda yang permanen. (menunjukkan adanya kelebihan iodium);
- b) biarkanlah selama 5 menit, bila tidak diperoleh hasil positif, panaskan tabung reaksi pada 60°C selama 1 menit di dalam air yang terdapat dalam gelas piala dan biarkan campuran selama 1 jam.

**5.9.4.4.2 Uji etil benzoat**

- a) lima (5) ml destilat yang diencerkan ditambah 5 tetes benzoil klorida dan 2 ml larutan NaOH 10%, panaskanlah di atas penangas air;
- b) adanya bau etil benzoat (bau busa) menunjukkan adanya etil alkohol.

**5.9.5 Penyajian hasil uji**

Adanya etil alkohol dalam contoh yang diuji dinyatakan sebagai positif atau negatif.

**5.10 Penentuan adanya minyak pelikan dilakukan dengan metode GLC**

**5.10.1 Prinsip**

Metode ini didasarkan kepada penentuan indeks bias dari larutan contoh.

**5.10.2 Peralatan**

- a) gelas ukur;
- b) vacuum;
- c) alat destilasi;
- d) refraktometer;
- e) *ultra thermostatic bath*.

**5.10.3 Prosedur**

- a) suling 20 ml contoh dengan vacuum ( $\pm 12$  mmHg);
- b) catat suhunya pada tetesan pertama dan terakhir dari destilat ( $\pm 1$  ml);
- c) dinginkan destilat tersebut;
- d) tentukan indeks biasnya dengan refraktometer.

**5.10.4 Penyajian hasil uji**

Indeks bias destilat  $< 1,46$  dinyatakan adanya pelikan / positif



Indeks bias destilat  $> 1.46$  dinyatakan tidak adanya pelikan / negatif.

## 5.11 Penentuan putaran optik

### 5.11.1 Prinsip

Metode ini didasarkan pada pengukuran sudut bidang di mana sinar terpolarisasi diputar oleh lapisan minyak yang tebalnya 10 cm pada suhu tertentu.

### 5.11.2 Bahan kimia

- a) larutan sukrosa anhidrat murni, konsentrasi 26,00 g sukrosa per 100 ml air;
- b) kloroform, untuk mengencerkan contoh minyak berwarna gelap sebelum dilakukan pengujian

### 5.11.3 Peralatan

#### 5.11.3.1 Polarimeter

Presisi  $\pm 0,03^\circ$  ( $A \pm 2^\circ$ ), yang ditempatkan dan dipergunakan dalam ruangan gelap dengan kondisi stabil.

#### 5.11.3.2 Sumber cahaya

Digunakan lampu uap natrium atau alat lain yang menghasilkan sinar monokromatik dengan panjang gelombang  $(589,3 \pm 0,3)$  nm.

#### 5.11.3.3 Tabung polarimeter

Berukuran  $(100 \pm 0,05)$  mm dilengkapi dengan *jacket* untuk mensirkulasikan air.

#### 5.11.3.4 Alat untuk mempertahankan suhu / *water bath*

#### 5.11.3.5 Termometer yang sudah distandarkan

### 5.11.4 Prosedur

5.11.4.1 Nyalakan sumber cahaya dan tunggu sampai diperoleh kilauan yang penuh.

5.11.4.2 Isilah tabung polarimeter dengan contoh minyak yang sebelumnya telah dibawa pada suhu tertentu, usahakanlah agar gelembung-gelembung udara tidak terdapat di dalam tabung.

5.11.4.3 Taruhlah tabung di dalam polarimeter dan bacalah putaran optik dekstro (+) atau levo (-) dari minyak, pada skala yang terdapat pada alat

5.11.4.4 Dengan menggunakan termometer yang disisipkan pada lubang di tengah-tengah,



periksalah bahwa suhu minyak dalam tabung  $(20 \pm 1) ^\circ\text{C}$ .

5.11.4.5 Catatlah hasil rata-rata dari sedikitnya tiga pembacaan, masing-masing pembacaan harus sesuai di sekitar  $0,085^\circ (5')$ .

#### 5.11.5 Penyajian hasil uji

Putaran optik harus dinyatakan dalam derajat lingkaran sampai mendekati  $0,01^\circ$ .

Putaran optik dekstro harus diberi tanda positif (+) dan putaran optik levo harus diberi tanda negatif (-).

### 5.12 Penentuan bau

#### 5.12.1 Prinsip

Metode ini didasarkan pada pengamatan visual dengan menggunakan indera pencium (hidung) langsung, terhadap contoh minyak nilam

#### 5.12.2 Peralatan

- a) gelas piala kapasitas 100 ml - 250 ml;
- b) kertas atau karton ukuran  $\pm (20 \times 30)$  cm.

#### 5.12.3 Prosedur

- a) tuangkan contoh minyak nilam sebanyak  $\pm 20$  ml ke dalam gelas piala;
- b) miringkanlah gelas piala agar membentuk sudut  $\pm 60^\circ$  mengarah ke samping kiri atau kanan hidung dengan jarak  $\pm 10$  cm;
- c) kipas-kipaskan kertas atau karton ke gelas piala berisi contoh minyak nilam, sambil dicium bau contohnya dengan hidung.

#### 5.12.4 Penyajian hasil uji

Nyatakan hasil sesuai dengan bau yang diamati terhadap contoh minyak nilam. Apabila contoh minyak nilam yang diamati berbau nilam dinyatakan khas minyak nilam.

### 6 Syarat lulus uji

Contoh dinyatakan lulus uji apabila memenuhi persyaratan butir 3.

### 7 Syarat penandaan

Pada setiap pengiriman, bagian luar drum diberi keterangan dengan cat yang tidak mudah luntur :

- produksi Indonesia;
- nama barang;



- nama perusahaan/eksportir;
- nomor drum, nomor lot;
- berat bersih;
- berat kotor;
- negara tujuan;
- dan lain-lain keterangan yang diperlukan

## 8 Pengemasan

Minyak nilam disajikan dalam wujud cairan, dikemas dalam drum, dalam keadaan baik, bersih, kering, berat bersih maksimum 200 kg, dengan ruang kosong sebesar 5 % - 10 % dari isi drum

Drum minyak nilam dibuat dari :

- plat timah putih atau alumimium;
- plat besi berlapis timah putih, galvanis atau berenamel/plat besi yang didalamnya dilapisi dengan lapisan yang tahan minyak nilam.

## 9 Rekomendasi

Syarat mutu berikut dicantumkan sebagai rekomendasi.

Tabel 2. Spesifikasi persyaratan mutu rekomendasi

No	Jenis uji	Satuan	Persyaratan
1	B a u	-	segar, khas minyak nilam
2	Putaran optik	-	( - 47° ) – ( - 66° )
3	Patchouly alkohol	-	dicantumkan sesuai hasil uji